

PCT/JP 03/10164

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

22.09.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 8 月 8 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 2 3 1 5 5 7
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 2 3 1 5 5 7]

REC'D 06 NOV 2003

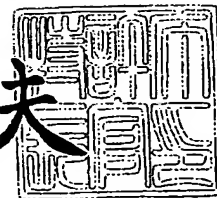
出 願 人 独立行政法人物質・材料研究機構
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 3 年 1 0 月 2 3 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 8 7 4 2 3

【書類名】 特許願

【整理番号】 02-MS-45

【提出日】 平成14年 8月 8日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C22C 38/00

【発明の名称】 窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法と
これにより得られるステンレス
鋼製製品

【請求項の数】 3

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材
料研究機構内

【氏名】 黒田 大介

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材
料研究機構内

【氏名】 塙 隆夫

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材
料研究機構内

【氏名】 丸山 典夫

【特許出願人】

【識別番号】 301023238

【氏名又は名称】 独立行政法人物質・材料研究機構

【代表者】 岸 輝雄

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法とこれにより得られるステンレス鋼製製品

【特許請求の範囲】

【請求項1】 フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品を、窒素ガスを含む不活性ガスと800℃以上で接触させ、製品全体をオーステナイト化させる又は一部をオーステナイト化させ、フェライトとオーステナイトの2相組織を形成させることを特徴とする窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法。

【請求項2】 フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品に、窒素ガスを含む不活性ガスにより窒素が添加され、製品全体がオーステナイト化されたことを特徴とするステンレス鋼製製品。

【請求項3】 フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品に、窒素ガスを含む不活性ガスにより窒素が添加され、製品の一部分がオーステナイト化され、フェライトとオーステナイトの2相組織を有することを特徴とするステンレス鋼製製品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この出願の発明は、窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法とこれにより得られるステンレス鋼製製品に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、難加工材とされるオーステナイト型ステンレス鋼の加工コストを十分低く抑えることができ、強度、耐食性のいずれにおいても十分に満足することのできる特性を有するステンレス鋼製製品を製造可能とする、窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法とこれにより得られるステンレス鋼製製品に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】

オーステナイト型ステンレス鋼は難加工材であり、それゆえ、所望の形状への

加工が難しく、加工コストの高騰を招いている。オーステナイト型ステンレス鋼は耐食性、強度にともに優れるものであるだけに所望の形状品、複雑な形状を有する製品をも安価に提供することが望まれる。

【0003】

粉末冶金法では、焼結成形時に窒素を吸収させるという試みがなされているが、粉末冶金法により成形された製品を製造するためには大規模な装置が必要であり、製造可能な製品の大きさや形状に制約がある。また、粉末冶金法により得られた製品にはポアと呼ばれる無数の空孔があり、これが製品の機械的特性に反映し、力学的信頼性に問題がある。

【0004】

一方、溶製により製造されるバルク材については窒素吸収処理は行われていない。その理由は、一般に金属材料を高温度の窒素雰囲気中に長時間保持すると、ミクロ組織が粗大化し、機械的特性が大幅に低下することが常識となっていたからである。つまり、バルク材の力学的信頼性の低下が強く危惧されていたのである。

【0005】

この出願の発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、難加工材とされるオーステナイト型ステンレス鋼の加工コストを十分低く抑えることができ、強度、耐食性のいずれにおいても十分に満足するのできる特性を有するステンレス鋼製製品を製造可能とする、窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法とこれにより得られるステンレス鋼製製品を提供することを解決すべき課題としている。

【0006】

【課題を解決するための手段】

この出願の発明は、以上の課題を解決するものとして、フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品を、窒素ガスを含む不活性ガスと800℃以上で接触させ、製品全体をオーステナイト化させる又は一部をオーステナイト化させ、フェライトとオーステナイトの2相組織を形成させることを特徴とする窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法（

請求項 1) を提供する。

【0 0 0 7】

またこの出願の発明は、フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品に、窒素ガスを含む不活性ガスにより窒素が添加され、製品全体がオーステナイト化されたことを特徴とするステンレス鋼製製品（請求項 2）を提供する。

【0 0 0 8】

さらにこの出願の発明は、フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品に、窒素ガスを含む不活性ガスにより窒素が添加され、製品の一部がオーステナイト化され、フェライトとオーステナイトの 2 相組織を有することを特徴とするステンレス鋼製製品（請求項 3）をも提供する。

【0 0 0 9】

以下、実施例を示しつつ、この出願の発明の窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法とこれにより得られるステンレス鋼製製品についてさらに詳しく説明する。

【0 0 1 0】

【発明の実施の形態】

この出願の発明の窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法では、前述のとおり、フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品を、窒素ガスを含む不活性ガスと 800℃ 以上で接触させ、製品全体をオーステナイト化させる又は一部をオーステナイト化させ、フェライトとオーステナイトの 2 相組織を形成させる。所望の形状に加工されたバルク状の製品を窒素ガスを含む不活性ガスと 800℃ 以上で接触させるという上記手法は、いわゆる固相吸収法に分類される窒素吸収処理に属し、窒素ガスを含む不活性ガス雰囲気中で製品を 800℃ 以上に加熱することにより製品の全体又は一部に窒素が添加される。この出願の発明の窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法では、窒素を添加する対象が、フェライト型ステンレス鋼製の溶製された製品であるため、オーステナイト型ステンレス鋼に比べ加工が容易であり、所望

の形状を有する製品が得られる。また、粉末冶金法における装置規模及び成形の制約、ならびに溶製についても指摘される力学的信頼性が解消される。

【0011】

このようにして得られるこの出願の発明のステンレス鋼製製品は、製品全体がオーステナイト化され、又は製品の一部にオーステナイト化が起こり、フェライトとオーステナイトの2相組織化された製品となる。このため、この出願の発明のステンレス鋼製製品は、優れた耐食性及び強度を併せ持ち、また、複雑な形状を有するステンレス鋼製製品であっても、その加工コストは低く抑えられ、安価な製品であるという利点を有する。フェライト型ステンレス鋼のバルク状製品への窒素の添加量は、おおむね0.5質量%以上であれば上記の効果は十分得られる。

【0012】

【実施例】

真空アーク溶解炉を用いて、図1に示したような3.5kgのフェライト型ステンレス鋼 (Fe-24質量%Cr-2質量%Mo) の鋳塊を溶製した。この鋳塊を4つに分割、切断し、25mm×25mm×110mmのブロックとした後、1100℃で熱間鍛造及び室温で冷間鍛造を行い、図2、図3にそれぞれ示したような直径9mm×90mmの丸棒材、厚さ1.5mm×15mm×15mmの板材を作製した。図2に示した丸棒材からは、さらに機械加工により図4に示した断面形状を有する丸棒引張試験片を作製した。これら2種類の試験片に対し、材料窒素化装置を用いて以下に示すような窒素吸収処理を行った。

【0013】

すなわち、試験片をSUS304製のメッシュ状ボードに載せ、アセトンで脱脂洗浄後、材料窒素化装置の窒素化部内に挿入、配置し、2Paまでロータリーポンプにより真空引きした。次いで窒素化部に2リットル/minの流量で窒素ガスを含む不活性ガスを導入し、室温から5℃/minの速度で1200℃まで窒素化部を昇温させて試験片と窒素ガスを1200℃で24時間接触させた。

【0014】

以上の窒素吸収処理後、試験片を1200℃から氷水中に焼入れした。表面のスケ

ールを研磨により除去した後、X線回折装置を用いてマイクロ組織の同定を行った。このX線回折においてはCuK α 管球を用い、 $2\theta/\theta = 40^\circ \sim 90^\circ$ まで $1^\circ/\text{min}$ ずつ変化させた。図5(a)は得られたX線回折パターンである。比較のために、図5(b)に窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品のX線回折パターンを示した。図5(a)(b)の対比から明らかなように、窒素吸収処理後の試験片は、完全にオーステナイト型ステンレス鋼となっていることが確認される。窒素の添加量はほぼ0.9質量%であった。

【0015】

次に、容量100kNのインストロン型引張試験機を用いてクロスヘッド速度0.5mm/minで試験片の引張試験を行った。窒素吸収処理後の試験片、窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品及び既存合金の強度及び延性のバランスを図6に示した。図6から確認されるように、窒素吸収処理を行うと、既存合金及び窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品に比べ、強度及び延性のバランスが優れる。この傾向は、試験片を窒素吸収処理していない冷間圧延材の場合にも同様に認められた。窒素吸収処理の有効性が再確認される。

【0016】

さらに、試験片について耐食性の評価をも行った。

【0017】

37℃に調整し、窒素ガスを用いて脱気した0.9%NaCl溶液、PBS(-)溶液、Hank's溶液、Eagle's MEM溶液中に試験片、316Lステンレス鋼及び窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品を浸漬した。図7(a)～(d)は、それぞれ、耐食性の評価のために行った分極試験の結果である分極曲線ある。図7(a)～(d)から確認されるように、いずれの試験溶液に対しても窒素吸収処理した試験片は、316Lステンレス鋼及び窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品に比較して優れた耐食性を示し、また、図8(a)に示したように、孔食の発生は認められなかった。316Lステンレス鋼には、図8(b)に示したように、孔食が発生した。

【0018】

この出願の発明の窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法とこれにより得られるステンレス鋼製製品は、オーステナイト型ステンレス鋼が有する難

加工性という欠点を解消し、たとえ複雑な形状を有する製品も低コストで実現可能であり、十分な強度及び耐食性を有する。

【0019】

もちろん、この出願の発明は、以上の実施形態及び実施例により限定されるものではない。ステンレス鋼の組成、製品の形状及び大きさ、窒素吸収処理条件などの細部については様々な態様が可能であることはいうまでもない。

【0020】

【発明の効果】

以上詳しく説明した通り、この出願の発明によって、難加工材とされるオーステナイト型ステンレス鋼から形成され、所望の形状を有し、加工コストを十分低く抑えることができ、強度、耐食性のいずれにおいても十分に満足するのできる特性を有するステンレス鋼製製品とその製造方法が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】

実施例において、真空アーク溶解炉を用いて溶製した3.5kgのフェライト型ステンレス鋼 (Fe-24質量%Cr-2質量%Mo) の鋳塊を示した図面に代わる写真である。

【図2】

図1に示した鋳塊から熱間及び冷間鍛造により作製された丸棒材を示した図面に代わる写真である。

【図3】

図1に示した鋳塊から熱間及び冷間鍛造により作製された板材を示した図面に代わる写真である。

【図4】

図2に示した丸棒材から作製された丸棒引張試験片を示した断面図である。

【図5】

(a) (b) は、それぞれ、窒素吸収処理後の試験片の、窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品の、X線回折パターンである。

【図6】

試験片、既存合金及び窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品の強度－延性のバランスを示した相関図である。

【図 7】

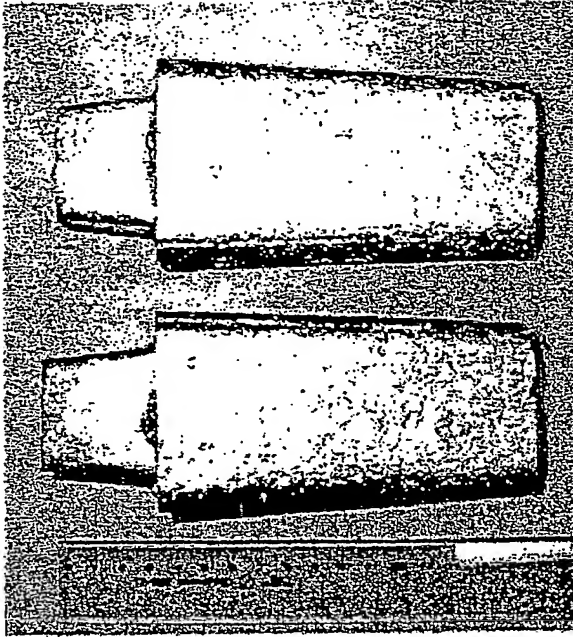
(a) (b) (c) (d) は、それぞれ、0.9%NaCl溶液、PBS(-)溶液、Hanks溶液、Eagle's MEM溶液中に試験片、316Lステンレス鋼及び窒素吸収処理を行わなかった試験片同等品を浸漬し、その耐食性を評価した分極試験の結果を示した分極曲線である。

【図 8】

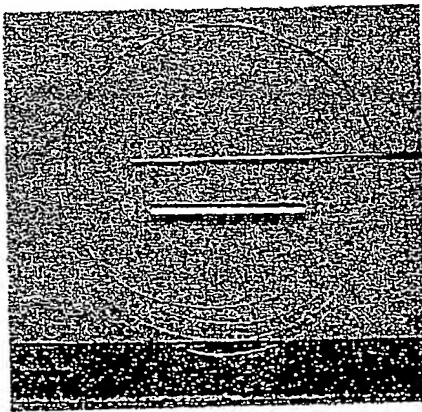
(a) (b) は、それぞれ、Eagle's MEM溶液中で分極試験した後の試験片の表面、316Lステンレス鋼の表面を観察した光学顕微鏡写真である。

【書類名】 図面

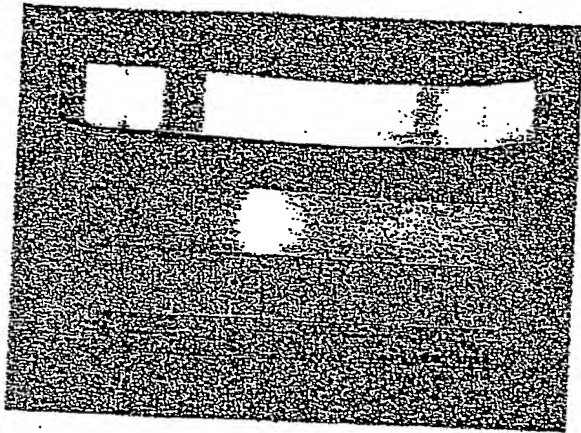
【図 1】



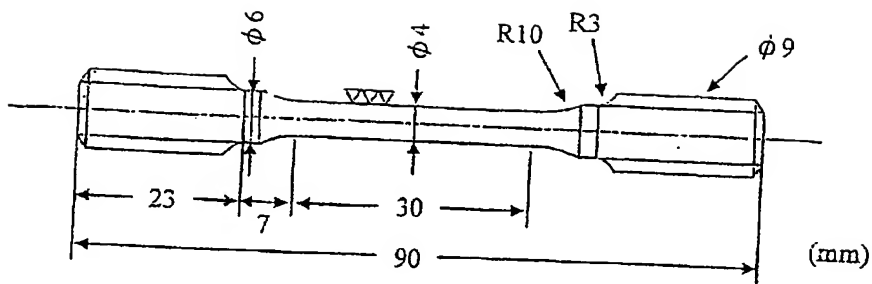
【図 2】



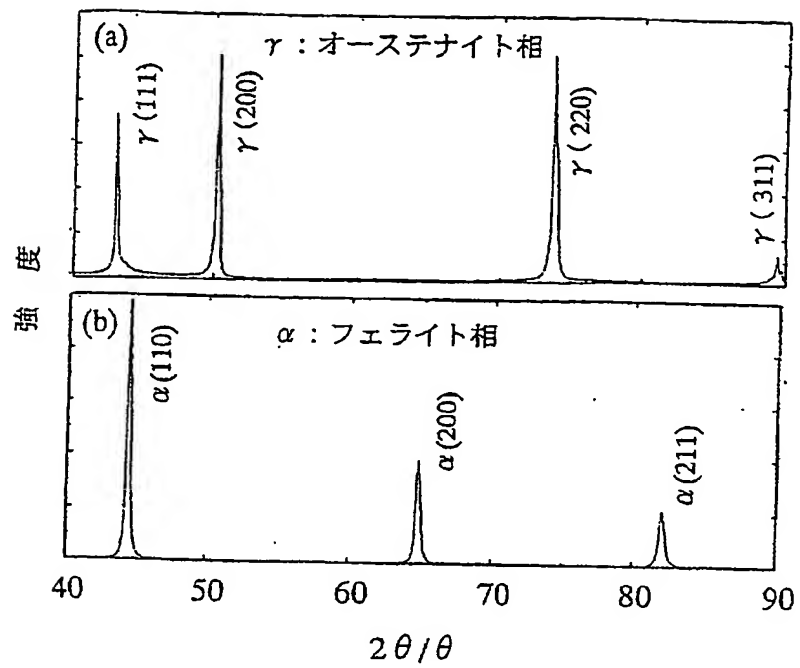
【図 3】



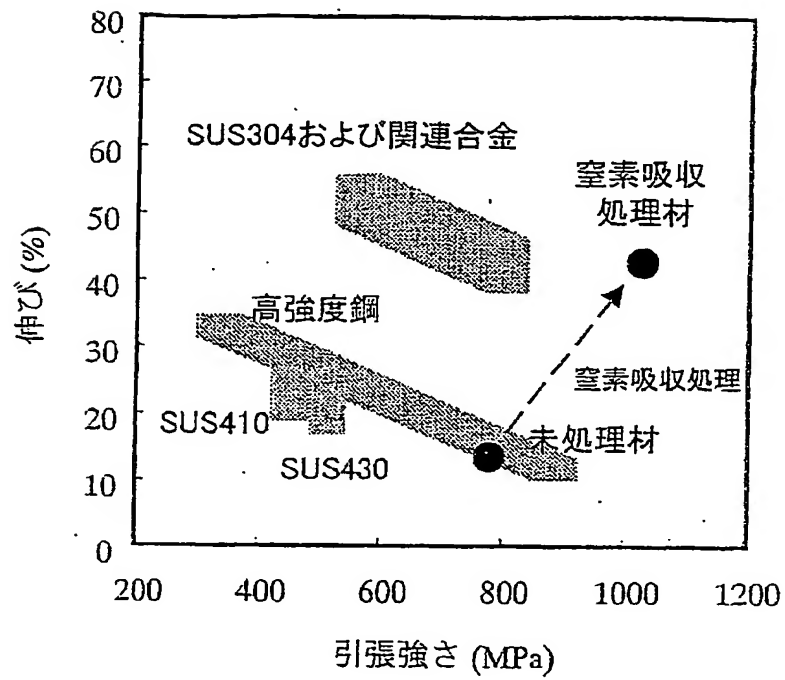
【図 4】



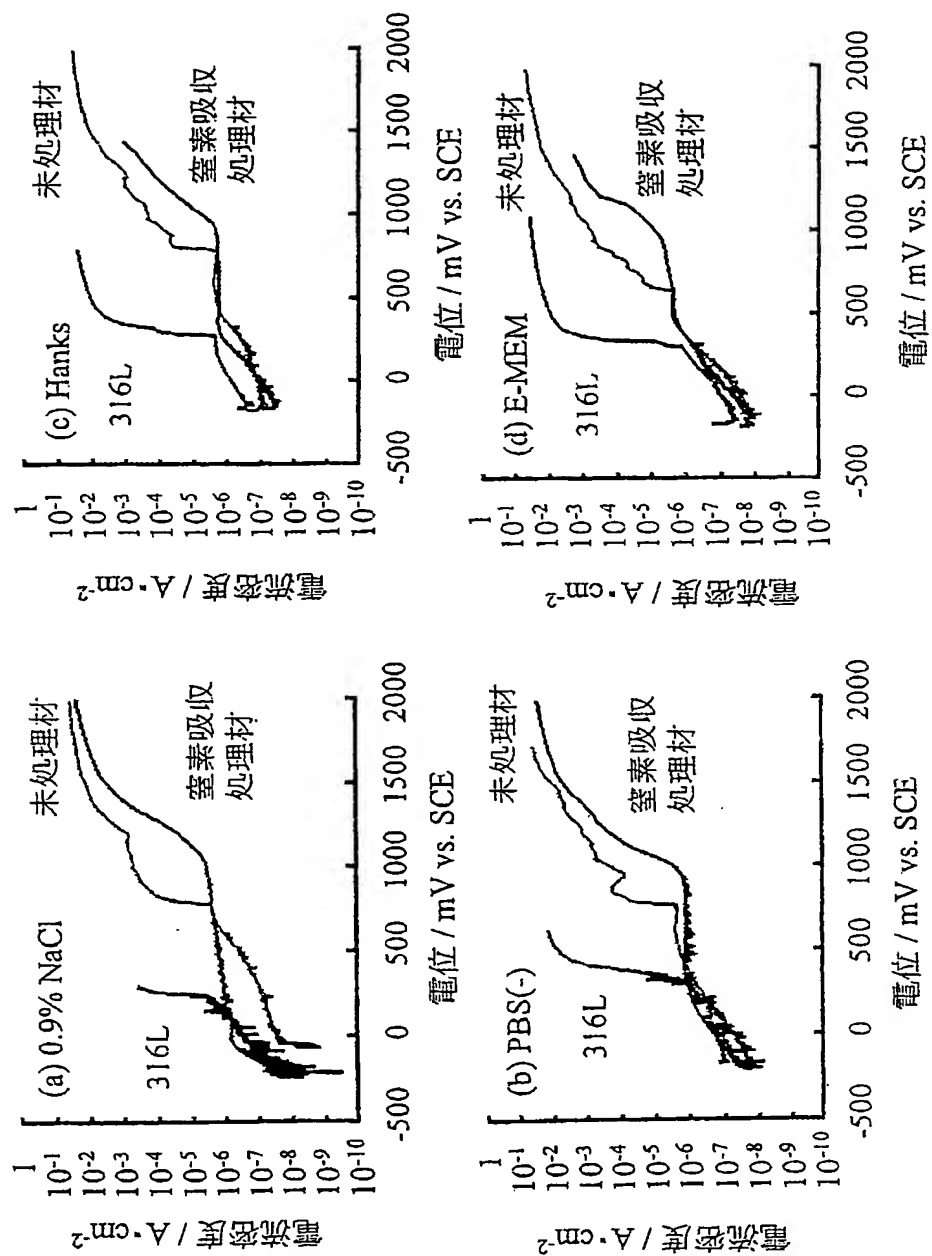
【図5】



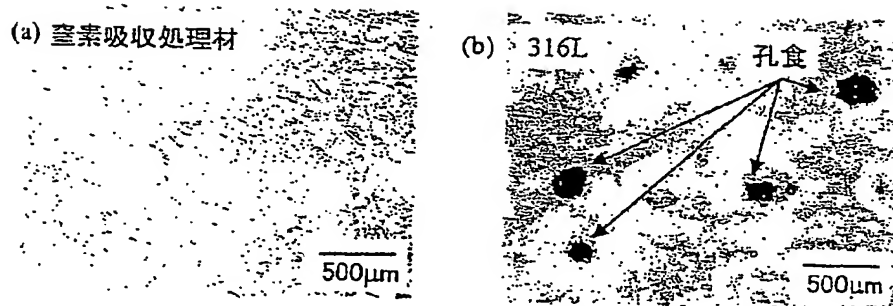
【図6】



【図7】



【図8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 難加工材とされるオーステナイト型ステンレス鋼の加工コストを十分低く抑えることができ、強度、耐食性のいずれにおいても十分に満足するのできる特性を有するステンレス鋼製製品を製造可能とする、窒素吸収処理によるステンレス鋼製製品の製造方法とこれにより得られるステンレス鋼製製品を提供する。

【解決手段】 フェライト型ステンレス鋼製であり、溶製され、所望の形状に加工されたバルク状の製品を、窒素ガスを含む不活性ガスと800℃以上で接触させ、製品全体をオーステナイト化させる又は一部をオーステナイト化させ、フェライトとオーステナイトの2相組織を形成させる。

【選択図】 図5

特願 2002-231557

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[301023238]

1. 変更年月日
[変更理由]

2001年 4月 2日
新規登録

住 所
氏 名

茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材料研究機構

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.